

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

**WEST****End of Result Set** [Generate Collection](#) [Print](#)

L4: Entry 2 of 2

File: DWPI

May 30, 2000

DERWENT-ACC-NO: 2000-434656

DERWENT-WEEK: 200038

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

**TITLE:** Cleaning chemical solution density management method for silicon wafer manufacture, involves computing amount of optimum supplement of each chemical solution by which washing tank is filled with chemical solution

**PATENT-ASSIGNEE:** NEC CORP (NIDE)

**PRIORITY-DATA:** 1998JP-0319373 (November 10, 1998)

**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP <u>2000150447 A</u>	May 30, 2000		009	H01L021/304

**APPLICATION-DATA:**

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP2000150447A	November 10, 1998	1998JP-0319373	

**INT-CL (IPC):** H01 L 21/304

**ABSTRACTED-PUB-NO:** JP2000150447A

**BASIC-ABSTRACT:**

**NOVELTY** - The insufficiency of each component of chemical solution is calculated from the control density of solution. The cause of density change is estimated using the parameters setup based on cleaning operating condition. The amount of optimum supplement of each solution is computed, based on which the washing tank (2) is filled with the solution.

**DETAILED DESCRIPTION** - INDEPENDENT CLAIMS are also included for the following:

- (a) cleaning chemical solution density management apparatus; and
- (b) cleaning chemical solution processing apparatus

**USE** - The method is used in silicon wafer manufacture.

**ADVANTAGE** - Cleaning capability is maintained. Reduces the amount of chemical solution by keeping the ammonia density and hydrogen peroxide constant with high precision. Calculates appropriate amount of supplements and estimates chemical solution density correctly. Improves density control precision.

**DESCRIPTION OF DRAWING(S)** - The figure shows the block diagram of the chemical solution management apparatus.

Washing tank 2

**ABSTRACTED-PUB-NO:** JP2000150447A

**EQUIVALENT-ABSTRACTS:**

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/6

DERWENT-CLASS: L03 U11  
CPI-CODES: L04-B04; L04-C18;  
EPI-CODES: U11-A10; U11-C06A1A; U11-C15C;

**WEST** [Generate Collection](#) [Print](#)

L4: Entry 1 of 2

File: JPAB

May 30, 2000

PUB-N0: JP02000150447A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000150447 A

TITLE: METHOD AND DEVICE FOR MANAGING CONCENTRATION OF CHEMICAL AND CHEMICAL PROCESSING DEVICE

PUBN-DATE: May 30, 2000

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MIYAZAWA, ICHIRO	

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
NEC CORP	

APPL-NO: JP10319373

APPL-DATE: November 10, 1998

INT-CL (IPC): H01 L 21/304

## ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To fix the concentration of a chemical in a cleaning tank by anticipating the variation of the concentration in the cleaning tank and, after calculating the optimum replenishing amount of each chemical component by calculating the insufficient amount of each chemical component from the predicted value and the preset control data for concentration of the chemical, replenishing the cleaning tank with the chemical.

SOLUTION: A concentration control section 13 predicts the concentration of a chemical in a cleaning tank 2 by reflecting the information sent from a cleaning environment monitor 11 and a cleaning condition managing section 12 in the formula used at the time of predicting the concentration, compares the predicted concentration with the concentration of the chemical in the cleaning tank 2 measured by means of a concentration monitor 8, and optimizes the correction factor corresponding to the operating state of a cleaning device which varies during the cleaning operation of a silicon wafer 14. Then the control section 13 decides the replenishing amount of the chemical and sends a drive signal to a chemical replenishing pump 7 in accordance with the decided replenishing amount so as to replenish the tank 2 with a fixed amount of chemical. Therefore, the concentration of the chemical in the tank 2 can be fixed with accuracy.

COPYRIGHT: (C)2000, JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-150447

(P2000-150447A)

(43)公開日 平成12年5月30日(2000.5.30)

(51)Int.Cl.

H 01 L 21/304

識別記号

6 4 8

F I

H 01 L 21/304

マークト\*(参考)

6 4 8 G

審査請求 有 請求項の数12 OL (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平10-319373

(22)出願日 平成10年11月10日(1998.11.10)

(71)出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(72)発明者 宮澤 一郎

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株  
式会社内

(74)代理人 100100893

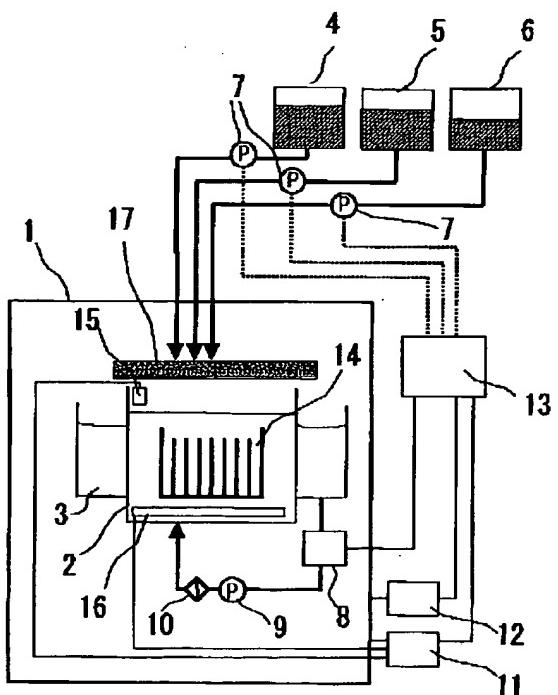
弁理士 渡辺 勝 (外3名)

(54)【発明の名称】 薬液濃度管理方法、管理装置および薬液処理装置

(57)【要約】

【課題】 シリコンウェハ等の洗浄に使用されるアンモニア過酸化水素混合液のアンモニア濃度と過酸化水素濃度の濃度をより高精度に一定に保つことにより洗浄能力を保持し、また薬液の使用量を削減することができる洗浄装置の提供。

【解決手段】 薬液濃度を連続的にモニタリングし、且つ半導体基板洗浄時における洗浄装置の稼動状態をモニタリングし、その測定結果に基づいて薬液濃度の経時変化を正確に予測して、薬液の補充量を計算し調整して薬液濃度を一定に保持し、また薬液濃度の予測に使用する補正係数を自動的に最適化する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも2成分以上からなる洗浄用薬液の濃度管理方法であって、洗浄槽内の薬液濃度変化を、該濃度変化の原因をパラメータとして表した算出式を用いて予測し、予測値と予め設定した薬液制御濃度から各薬液成分の不足分を計算し各薬液の最適補充量を算出して前記洗浄槽に薬液を補充することを特徴とする洗浄用薬液の濃度管理方法。

【請求項2】前記薬液濃度変化の原因パラメータが、洗浄装置に依存するパラメータ、洗浄操作条件に依存するパラメータ、およびこれらからなる群より選択される請求項1記載の洗浄用薬液の濃度管理方法。

【請求項3】前記洗浄装置に依存するパラメータが、洗浄装置のダクト排気量、洗浄槽内の薬液の循環速度、洗浄槽内の薬液の循環量、洗浄槽内の薬液体積、オーバーフロー槽内の薬液体積、洗浄槽の蓋の開閉時間、およびこれらからなる群より選択される請求項2記載の洗浄用薬液の濃度管理方法。

【請求項4】前記洗浄操作条件に依存するパラメータが、処理件数、洗浄処理時間、薬液温度、薬液の使用経過時間、およびこれらからなる群より選択される請求項2記載の洗浄用薬液の濃度管理方法。

【請求項5】前記薬液濃度測定結果と前記算出式による濃度予測結果とを照合することによって当該算出式に使用される係数の最適化を自動的に行う請求項1記載の洗浄用薬液の濃度管理方法。

【請求項6】前記洗浄用薬液が、半導体基板洗浄用薬液である請求項1ないし5のいずれかに記載の洗浄用薬液の濃度管理方法。

【請求項7】少なくとも2成分以上からなる洗浄用薬液の濃度管理装置であって、洗浄槽内の薬液濃度変化を、該濃度変化の原因をパラメータとして表した算出式を用いて予測し、予測値と予め設定した薬液制御濃度から各薬液成分の不足分を計算し各薬液の最適補充量を算出して前記洗浄槽に薬液を補充する手段を具備することを特徴とする洗浄用薬液の濃度管理装置。

【請求項8】前記洗浄用薬液が、半導体基板洗浄用薬液である請求項7記載の洗浄用薬液の濃度管理装置。

【請求項9】薬液処理装置であって、アンモニアと過酸化水素の混合水溶液であるシリコンウェハの前記洗浄用薬液を収容する洗浄槽と、該洗浄槽に補充されるアンモニア水を貯えるアンモニア秤量槽と、前記洗浄槽に補充される過酸化水素水を貯える過酸化水素秤量槽と、前記洗浄槽に補充される純水を貯える純水秤量槽と、前記洗浄槽内の洗浄用薬液のアンモニア濃度および過酸化水素濃度を一定の時間間隔で測定する濃度測定手段と、当該洗浄装置の稼動状態をモニタリングして薬液濃度変化の原因パラメータを測定する手段と、請求項1記載の方法によって薬液濃度を予測し薬液の補充量を算出する機能を有する薬液濃度制御部、からなることを特徴とする

## 半導体基板の薬液処理装置。

【請求項10】前記薬液濃度変化の原因パラメータを測定する手段が、洗浄装置に依存するパラメータを測定する装置と、半導体基板の洗浄操作条件に依存するパラメータを測定する装置とからなる請求項9記載の薬液処理装置。

【請求項11】前記洗浄装置に依存するパラメータを測定する装置が、洗浄装置のダクト排気量、洗浄槽内の薬液の循環速度、洗浄槽内の薬液の循環量、洗浄槽内の薬液体積、オーバーフロー槽内の薬液体積、洗浄槽の蓋の開閉時間を測定する手段を有する請求項10記載の薬液処理装置。

【請求項12】前記半導体基板の洗浄操作条件に依存するパラメータを測定する装置が、半導体基板の処理枚数、半導体基板の洗浄処理時間、薬液温度、薬液の使用経過時間を測定する手段を有する請求項10記載の薬液処理装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

20 【発明の属する技術分野】本発明は、薬液濃度管理方法、薬液濃度管理装置および薬液処理装置に関し、さらに詳しくは、例えばシリコンウェハの洗浄その他半導体製造プロセスで使用される薬液の濃度の管理方法および装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体製造工程においてアンモニアと過酸化水素の混合水溶液(以下、APMと略記)は、一般的にパーティクルの除去を目的としたシリコンウェハの洗浄液として60°C以上に加熱して使用されている。ウェ

30 ハをAPM中に浸漬することによって、シリコンや酸化シリコン等の溶解性のパーティクルが除去される。同時に下地のウェハもエッティングされて、ウェハ表面上に付着した非溶解性のパーティクルも除去される。

【0003】近年LSIの集積度を増大させるため微細化や薄膜化に伴って製造工程における各パラメータのコントロールが重要な課題になってきており、洗浄工程でも従来までのようにパーティクル除去能力だけではなく、エッティング速度等の洗浄性能も精度よく制御する必要が生じてきている。

40 【0004】しかしAPMは60°C以上に加熱して使用されるため、洗浄装置の洗浄槽内の各薬液濃度は蒸発や分解等によって減少する方向で経時に変化する。薬液濃度が変動すると、薬液の洗浄性能が低下し、半導体の歩留まり低下の原因となる。そこで従来は、図4に示すようにアンモニア、過酸化水素および純水の各薬液の秤量槽から洗浄槽への配管途中にある補充用ポンプ7によって各薬液を一定時間間隔で一定量だけ補充する手法を講じていた。

【0005】しかし従来の方法では、洗浄槽内のそれぞれの薬液濃度が一定となるように補充間隔、および補充

量を設定、調節することが困難であり、また設定、調節に長時間を要していた。そして設定が最適化されていない場合には、薬液濃度の経時変化が激しくなり、濃度のばらつきが大きくなるという問題を生じていた。

【0006】これらの問題を解決するために、図5に示す特開昭60-223131号に開示されるものでは、濃度制御部69をフィードバック制御系70と予測制御系71を組み合わせた構成とし、モニタ時以降における薬液濃度の変化を自然分解曲線によって予測し制御を行い得るように構成することによって、検出遅れによる制御上の問題を解消し、また自然分解曲線の傾きに誤差が生じた場合には検出時間と制御濃度を比較して傾きをプラスまたはマイナス補正して、管理幅を狭めて高精度な薬液濃度制御を可能としている。

【0007】図6に示す特開平2-1159029号に開示されるものは、成分濃度測定装置83によって薬液中の成分濃度を測定し、成分濃度が低下すると液量と濃度の関係から成分試薬または水の最適追加量を計算して定量追加装置84, 85, 86によって追加し、薬液体量の変化に対しては液量調整装置によって調整することにより、薬液濃度、薬液体量を常にほぼ一定に保つことを特徴としており、液量と成分濃度の測定値から最適追加量を自動的に計算して供給するので、濃度制御性が極めて高く、また液量のある範囲内ではほぼ一定にすることも可能としている。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記特開昭60-223131号に開示されるものでは、自然分解曲線のみによって薬液濃度の低下特性を算出しているため、半導体基板の洗浄条件や半導体基板上の汚染の度合いが変動した場合は、薬液濃度を精度良く一定に維持することが困難になる。

【0009】また特開平2-1159029号に開示されるものは、薬液濃度測定値と薬液体積から算出式を用いて薬液の補充量を算出しているために、薬液濃度測定時に洗浄槽内の薬液濃度と測定濃度との間に濃度の検出遅れが起きた場合には、薬液の追加補充量が実際よりも少量で計算され、制御値よりも低い値で濃度が維持される可能性があり、制御精度を均一に維持することは困難である。

【0010】本発明は、上記に鑑みなされたものであって、その目的は上記のような問題の解決を可能とする、薬液濃度を予測し、予測濃度と実測濃度とを比較検討して正確に薬液濃度を予測し、薬液補充量の最適量を自動的に算出・補充することにより薬液濃度を一定に保持することのできる優れたウェハ洗浄用薬液の濃度管理方法および管理装置を提供することにある。

【0011】また本発明は、さらに薬液の濃度の最適化を図ることによって、安定した洗浄特性でシリコンウェハの洗浄を行うことのできるシリコンウェハ洗浄装置を提供することをも目的とするものである。

#### 【0012】

【課題を解決するための手段】上記の課題・目的は、以下に示す本発明によって解決・達成される。すなわち本発明は、少なくとも2成分以上からなる洗浄用薬液の濃度管理方法であって、洗浄槽内の薬液濃度変化を、該濃度変化の原因をパラメータとして表した算出式を用いて予測し、予測値と予め設定した薬液制御濃度から各薬液成分の不足分を計算し各薬液の最適補充量を算出して前記洗浄槽に薬液を補充することを特徴とする洗浄用薬液の濃度管理方法を開示するものである。

【0013】また本発明は、少なくとも2成分以上からなる洗浄用薬液の濃度管理装置であって、洗浄槽内の薬液濃度変化を該濃度変化の原因をパラメータとして表した算出式を用いて予測し、予測値と予め設定した薬液制御濃度から各薬液成分の不足分を計算して各薬液の最適補充量を算出して前記洗浄槽に薬液を補充する手段を具備することを特徴とする洗浄用薬液の濃度管理装置を開示するものである。

【0014】さらに本発明は、薬液処理装置であって、アンモニアと過酸化水素の混合水溶液であるシリコンウェハの前記洗浄用薬液を収容する洗浄槽と、該洗浄槽に補充されるアンモニア水を貯えるアンモニア秤量槽と、前記洗浄槽に補充される過酸化水素水を貯える過酸化水素秤量槽と、前記洗浄槽に補充される純水を貯える純水秤量槽と、前記洗浄槽内の洗浄用薬液のアンモニア濃度および過酸化水素濃度を一定の時間間隔で測定する濃度測定手段と、当該洗浄装置の稼動状態をモニタリングして薬液濃度変化の原因パラメータを測定する手段と、前記本発明の方法によって薬液濃度を予測し薬液の補充量を算出する機能を有する薬液濃度制御部からなることを特徴とする半導体基板の薬液処理装置を開示するものである。

【0015】そして、本発明の洗浄用薬液の濃度管理方法は、前記薬液濃度変化の原因パラメータが、洗浄装置に依存するパラメータ、洗浄操作条件に依存するパラメータ、およびこれらからなる群より選択されることを特徴とするものであり、もしくは、前記洗浄装置に依存するパラメータが、洗浄装置のダクト排気量、洗浄槽内の薬液の循環速度、洗浄槽内の薬液の循環量、洗浄槽内の薬液体積、オーバーフロー槽内の薬液体積、洗浄槽の蓋の開閉時間、およびこれらからなる群より選択されることを特徴とするものであり、もしくは、前記洗浄操作条件に依存するパラメータが、処理件数、洗浄処理時間、薬液温度、薬液の使用経過時間、およびこれらからなる群より選択されることを特徴とするものであり、もしくは、前記薬液濃度測定結果と前記算出式による濃度予測結果とを照合することによって当該算出式に使用される係数の最適化を自動的に行うことを特徴とするものであり、もしくは、前記洗浄用薬液が、半導体基板洗浄用薬液であることを特徴とする洗浄用薬液の濃度管理方法で

ある。

【0016】また、本発明の洗浄用薬液の濃度管理装置は、前記洗浄用薬液が、半導体基板洗浄用薬液であることを特徴とするものである。

【0017】さらに、本発明の半導体基板の薬液処理装置は、前記薬液濃度変化の原因パラメータを測定する手段が、洗浄装置に依存するパラメータを測定する装置と、半導体基板の洗浄操作条件に依存するパラメータを測定する装置とからなることを特徴とするものであり、もしくは、前記洗浄装置に依存するパラメータを測定する装置が、洗浄装置のダクト排気量、洗浄槽内の薬液の循環速度、洗浄槽内の薬液の循環量、洗浄槽内の薬液体積、オーバーフロー槽内の薬液体積、洗浄槽の蓋の開閉時間を測定する手段を有することを特徴とするものであり、もしくは、前記半導体基板の洗浄操作条件に依存するパラメータを測定する装置が、半導体基板の処理枚数、半導体基板の洗浄処理時間、薬液温度、薬液の使用経過時間を測定する手段を有することを特徴とする薬液処理装置である。

【0018】このように、本発明薬液濃度管理方法、管理装置および薬液処理装置は、薬液濃度を連続的にモニタリングするだけでなく、半導体基板洗浄時における洗浄装置の稼動状態をモニタリングし、これらの測定結果に基づいて薬液濃度の経時変化を予測して、薬液の補充量を計算し調整して薬液濃度を一定に保つことを特徴としている。

【0019】濃度制御部において、薬液濃度を予測する際に、自然分解による薬液濃度の変動、洗浄槽からの薬液成分の蒸発、洗浄槽内の薬液成分の分解、半導体基板洗浄時における浸漬時間、半導体基板による洗浄槽からの薬液の持ち出しありまたは持ち込み、洗浄槽内の薬液体積、薬液の補充量、薬液の補充時間等、濃度変動に関係する操作や環境をパラメータ化し数式によって表現することによって正確に洗浄槽内の薬液濃度を予測し、より適正な薬液の補充量を算出することが可能となる。

【0020】また薬液濃度の予測に使用するパラメータを自動的に最適化することにより正確な予測が可能となり、薬液濃度の制御精度をさらに高めることができる。

【0021】これによって薬液濃度をより安定して一定に維持することができ、また薬液の濃度を一定としているために洗浄特性は常に安定しており、エッティングレートや洗浄特性にばらつきが生じるといった問題を解決することができる。さらに薬液を適量添加しているために洗浄槽内の液面の低下を防止することができ、加えて必要以上の薬液補充を避けることができ、薬液使用量を削減することができる。

【0022】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施態様を具体的に説明するが、本発明はこれにより何ら制限されるものではない。

【0023】図1は、本発明による半導体基板洗浄装置の一実施形態の構成を示す模式概要図である。図1において、洗浄装置1内の洗浄槽2には、アンモニアと過酸化水素との混合水溶液である薬液が満たされており、この中にシリコンウェハ14が浸漬され、これによってシリコンウェハ14の洗浄が行われる。洗浄槽2内の薬液は一定温度に保たれ、オーバーフロー槽3から循環用ポンプ9およびフィルタ10が設けられた循環経路を通り循環される。

10 【0024】洗浄槽2中の薬液は処理に伴って、各成分の蒸発や分解等によりアンモニア濃度および過酸化水素濃度が変化する。そこで、アンモニアを貯えるアンモニア秤量槽4、過酸化水素水を貯える過酸化水素秤量槽5および純水を貯える純水秤量槽6を設け、それぞれ薬液補充用ポンプ7によって必要に応じて洗浄槽2にアンモニア、過酸化水素または純水を補充できるよう構成されている。

【0025】また、洗浄槽2には、洗浄槽2内の薬液中のアンモニア濃度および過酸化水素濃度を測定する濃度モニタ8が設けられている。濃度モニタ8は一定時間間隔で各成分の濃度を測定し、その測定結果は濃度制御部13に送られる。洗浄槽2内の薬液量は液面測定機15によって測定され、同時にキャリアセンサ16によってシリコンウェハ14の処理枚数が測定される。液面測定機15の測定結果とキャリアセンサ16の測定結果は濃度制御部13に送られ、シリコンウェハ14が浸漬したことによる薬液量の增加分が補正される。

【0026】薬液濃度の変動の要因は、洗浄装置1に起因するものと半導体基板の洗浄操作条件に起因するものとに分類することができる。洗浄装置1に洗浄環境モニタ11と洗浄条件管理部12が設置される。洗浄環境モニタ11によってシリコンウェハ14の洗浄時における洗浄装置1の稼動状態がモニタリングされ、その測定結果が記憶される。洗浄条件管理部12には、シリコンウェハ14の洗浄操作条件に関する情報が記憶される。

【0027】シリコンウェハ14の洗浄中においても、洗浄環境モニタ11は洗浄中に変動した洗浄装置1の稼動状況を感知し、その変化量の測定が行われる。洗浄環境モニタ11においてモニタリングされた洗浄装置1の稼動状態と、洗浄条件管理部12で記憶されている洗浄条件は、濃度制御部13に送られる。

【0028】濃度制御部13では、洗浄環境モニタ11  
1、洗浄条件管理部12から送られてきた情報を濃度予測時に使用する算出式に反映させて、洗浄槽2内の薬液濃度の予測が行われる。濃度モニタ8によって測定された洗浄槽2内の薬液濃度と予測濃度との比較が行われ、シリコンウェハ14の洗浄中に変動した洗浄装置1の稼動状態に対応している補正係数の最適化が行われる。その後、濃度制御部13は薬液の補充量を決定し、その決  
50 定量に従って薬液補充用ポンプ7に駆動信号を送り一定

量の薬液を洗浄槽2に補充させる。

【0029】以上のように洗浄装置1に依存する濃度変化を考慮しながら洗浄槽2に薬液を補充させる薬液濃度制御手段が構成される。次に、上記の洗浄装置による洗浄処理中の、アンモニア、過酸化水素および純水の補充手順について、図2および図3のブロック工程図に基づいて説明する。

【0030】予め、濃度制御部13にアンモニア濃度および過酸化水素濃度薬液の減少分を計算し洗浄槽2内の薬液濃度を予測するための式、および第1回目のアンモニアおよび過酸化水素の補充量、アンモニアおよび過酸化水素の制御設定濃度を設定しておく。また洗浄槽2には、予め決められた濃度でアンモニアおよび過酸化水素が混合された水溶液が満たされている。

【0031】洗浄環境モニタ11によって、洗浄装置1のダクト排気量、循環用ポンプ9による薬液の循環速度および循環量、洗浄槽2内の薬液体積、オーバーフロー槽3内の薬液体積、洗浄槽2の蓋の開閉時間等、ウェハの洗浄工程における洗浄装置に依存するパラメータがモニタリングされ、測定結果は濃度制御部13に送られる(ステップ1)。

【0032】洗浄条件管理部12には半導体基板の処理\*

$$C_{cal,n+1} = \{(C_{r,n-1} \times V_{n-1} + C_g \times V_{g,n-1}) \times D_n\} / V_n \quad (I)$$

ただし、 $C_{r,n-1}$ はn-1回目の薬液の測定濃度を、 $C_g$ は補充薬液濃度を、 $V_{g,n-1}$ はn-1回目の測定時の補充薬液量を、 $V_n$ はn回目の測定時における薬液量を、 $D_n$ は薬液の時間あたりの減少率をそれぞれ表わす。 $D_n$ は\*

$$D_n = 1 / EXP(-2.303 \times \sum (a_i \times x_i)) \quad (II)$$

ただし、 $a_i$ は補正係数を、 $x_i$ はパラメータをそれぞれ表わす。影響するパラメータとその補正係数の積の総和となる。補正係数 $a_1$ はそれぞれ、 $a_1$ :洗浄装置1のダクト排気量、 $a_2$ :薬液の循環速度、 $a_3$ :薬液の循環量、 $a_4$ :洗浄槽2内の薬液体積、 $a_5$ :オーバーフロー槽3内の薬液体積、 $a_6$ :洗浄槽2の蓋17の開閉時間に依存する。

★

$$V_{g,n} = V_n \times (C_{cal,n+1} \times D_n - C_s) / (C_s \times D_n - C_g) \quad (III)$$

ただし $C_{cal,n+1}$ はn回目の測定時に算出したn+1回目の薬液の予測濃度を、 $C_s$ は制御設定濃度を、 $V_n$ はn回目の測定時における洗浄槽2内の薬液量を、 $V_{g,n}$ はn回目の測定時における補充薬液量をそれぞれ表わす。濃度制御部13は算出した補充量 $V_g$ に従って薬液補充用ポンプ7に駆動信号を送り、一定量の薬液が洗浄槽2に補充される(ステップ9)。

【0039】測定回数が3回目以降の場合(ステップ5)には、ステップ3において測定されたn回目の測定濃度 $C_{r,n}$ とn-1回目の測定時に算出したn回目の薬液濃度予測値 $C_{cal,n}$ とが比較される。 $C_{cal,n}$ と $C_{r,n}$ が一致した場合には補正係数 $a_i$ の変更は行われない。 $C_{cal,n}$ と $C_{r,n}$ が一致しなかった場合には濃度予測時に使用する補正係数 $a_i$ の検討が行われる(ステップ6)。

\* 枚数、半導体基板の洗浄処理時間、薬液温度、薬液の使用経過時間等、ウェハの洗浄工程における半導体基板の洗浄操作条件に依存するパラメータが記憶され、濃度制御部13に送られる(ステップ2)。洗浄槽2内の薬液中のアンモニア濃度および過酸化水素濃度は濃度モニタ8によって一定時間間隔で測定される(ステップ3)。

【0033】この測定結果は濃度制御部13に送られ、その回数がカウント手段(不図示)で測定回数としてカウントされる。測定回数が1回目の場合は、予め設定した10薬液の補充量が薬液補充用ポンプ7によって洗浄槽2に補充される(ステップ4)。

【0034】測定回数が2回目以降の場合は、濃度制御部13において次回の薬液濃度の予測が行われた後、薬液補充量が算出され、薬液補充が行われる。ステップ1およびステップ2において行われた半導体基板の洗浄における洗浄条件および洗浄装置の状態と薬液濃度の測定結果から、濃度制御部13において測定時に算出したn+1回目の薬液の予測濃度 $C_{cal,n+1}$ の計算が下記の式(I)に従って行われる(ステップ7)。

20 【0035】

【数1】

※下記の式(II)で表される。

【0036】

【数2】

★ 【0037】ステップ7において計算された予測濃度と予め設定した薬液の制御濃度から薬液の補充量がそれぞれ算出される(ステップ8)。上記の式(I)から誘導された下記の式(III)を使用して、薬液の補充量 $V_{g,n}$ がそれぞれ算出される(ステップ8)。

【0038】

【数3】

☆ 【0040】ステップ1およびステップ2における洗浄装置1の状態測定結果および洗浄操作条件とn-1回目の予測濃度算出時における洗浄装置の状態測定結果および洗浄操作条件とを比較し、変化したパラメータが検出される(ステップ11およびステップ12)。

【0041】予め設定した補正係数と濃度の関係式から、濃度予測時に使用する補正係数がそれぞれ算出され、再設定される(ステップ13)。再度 $C_{cal,n}$ と $C_{r,n}$ を比較し、予測濃度と測定濃度とが最も近くなるまで繰り返し、補正係数 $a_i$ を最適化する。

【0042】上記方法によって最適化されたn回目までの補正係数 $a_i$ と $C_{r,n}$ との関係は自動的に近似されて、数式化される。補正係数 $a_i$ の最適化ではこの近似式を参考にして再設定が行われる。補正係数 $a_i$ が決定した

後、予め濃度制御部13に設定してあるアンモニア濃度および過酸化水素濃度薬液の減少分を計算するための数式によって再度洗浄槽2内の薬液のアンモニア濃度および過酸化水素濃度が計算される(ステップ14)。

【0043】再計算濃度とステップ3における測定濃度とを比較し、一致しなかった場合にはステップ11およびステップ12において検出されなかったパラメータの見直しが行われ、測定濃度と再計算濃度が最も一致するような補正係数 $a_n$ の設定、および薬液濃度の計算が再度繰り返される(ステップ15)。

【0044】再計算結果と測定濃度が一致した場合には、設定した補正係数 $a_n$ と測定濃度が濃度制御部13に保存される(ステップ16)。また、n回目までに濃度制御部13に保存された補正係数 $a_n$ と測定濃度から、それぞれの補正係数 $a_n$ の、薬液濃度に対する関係式が再作成される(ステップ17)。

【0045】補正係数 $a_n$ の最適化が終了した後、上述したようにステップ7において計算された予測濃度と予め設定した薬液の制御濃度から薬液の補充量がそれぞれ算出され、算出した結果に従って一定量の薬液が洗浄槽2に補充される。この後、一連の手順が繰り返される。

【0046】以上述べたように、本実施の形態では、アンモニア濃度および過酸化水素濃度が薬液濃度に応じて補充される。また、薬液濃度を予測して薬液の補充量を計算し、薬液を補充している。この操作を繰り返すことによって薬液中のアンモニア濃度と過酸化水素濃度の濃度を一定に保つことができ、薬液の洗浄能力を維持することができる。

\*

## \*【0047】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0048】【実施例1】本発明の一実施例として半導体製造装置に関して図1に示す模式概要図により詳述する。洗浄装置1内の洗浄槽2には、アンモニアと過酸化水素との混合水溶液である薬液が満たされており、この中にシリコンウェハ14が浸漬され、これによってシリコンウェハ14の洗浄が行われる。

10 【0049】洗浄槽2には蓋17が設置されており、シリコンウェハ14の洗浄時には開放3分、閉鎖6分のシーケンスで開閉が繰り返される。設定条件として、アンモニアの制御設定濃度は1.5%、過酸化水素の制御設定濃度は5.5%に設定し、また薬液温度は60°Cで一定になるよう設定した。濃度モニタ8による薬液濃度測定は3分毎に行った。アンモニア秤量槽4内のアンモニア濃度は2.9%、過酸化水素秤量槽5内の過酸化水素濃度は3.0%である。また洗浄装置1の洗浄環境に依存する濃度予測用の補正係数は濃度制御開始時をそれぞれ1とした。

【0050】今、濃度制御開始から57分後の測定において、アンモニアの測定濃度は1.45%で補充量が37.8ml、過酸化水素の測定濃度は5.12%で補充量が50mlであった。このときの洗浄操作条件に依存する濃度予測用の補正係数は表1の通りであった。

## 【0051】

## 【表1】

	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$a_4$	$a_5$	$a_6$
アンモニア	0.2	0.1	0.1	0.3	0.1	0.6
過酸化水素	0.02	0.03	0.05	0.03	0.05	0.5

ここで補正係数はそれぞれ、 $a_1$ :洗浄装置1のダクト排気量、 $a_2$ :薬液の循環速度、 $a_3$ :薬液の循環量、 $a_4$ :洗浄槽2内の薬液体積、 $a_5$ :オーバーフロー槽3内の薬液体積、 $a_6$ :洗浄槽2の蓋17の開閉時間に依存する。

【0052】まず洗浄環境モニタ11および洗浄条件管理部12によって、濃度制御開始後60分における濃度測定は、洗浄槽2に設置されている蓋17を開放してから2分後に実施されることが確認された。液面測定機15によって洗浄槽2内の薬液量が50.35リットルであること、キャリアセンサ16によってシリコンウェハ14の処理枚数は口径6インチ、25枚であることがモニタリングされ、また洗浄条件管理部12では、シリコンウェハ14の洗浄条件は57分の測定時と同一であることが確認された。

【0053】続いて濃度モニタ8によって洗浄槽2内の薬液濃度の測定が行われ、アンモニア濃度1.49%、過酸化水素濃度5.20%であった。これらの測定結果は濃度モニタ8によって測定された濃度と一致した。

※度制御部13に送られ、記憶される。洗浄槽2内の薬液体積は、液面測定機15の測定結果とキャリアセンサ16の判断結果およびウェハ1枚あたりの体積および重量から、濃度制御部13において補正され、50.00リットルとなった。

40 【0054】上記結果から、57分の測定時に算出された60分の予測濃度と60分に行われた測定濃度が一致しなかったため、薬液濃度の予測に使用される補正係数の最適化が行われた。

【0055】濃度制御部13において補正係数の再設定が行われ、その結果、蓋17の開閉に関する補正係数 $a_6$ がアンモニア0.4、過酸化水素0.3と再設定され、他の補正係数は変更されなかった。

【0056】再設定された補正係数を使用し、57分の測定時に算出した60分の予測濃度を再度計算すると、アンモニア濃度1.49%、過酸化水素濃度5.20%となり、60分に行われた測定濃度と一致した。最適化によ

11

って再設定された補正係数は濃度制御部13に保存され、63分の予測濃度の算出に使用される。

【0057】上記の式(II)から、次回の予測濃度はアンモニア濃度1.40%、過酸化水素濃度5.04%と予測され、上記の式(III)から薬液補充量はそれぞれ、アンモニア22.7ml、過酸化水素7.1mlと計算された。この結果をうけて、濃度制御部13から薬液補充用ポンプ7に信号が送られ薬液補充が行われる。

【0058】この操作を繰り返すことによって、アンモニア濃度および過酸化水素濃度は精度良く濃度を一定に保つことが可能となった。

#### 【0059】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、洗浄槽内の薬液濃度および洗浄槽内の薬液体積のみならず、洗浄装置の稼動状況をモニタリングし、半導体基板の洗浄条件を考慮して、半導体基板の洗浄時に蒸発や分解等により消失した薬液量をパラメータとして検討することによって正確に槽内の薬液濃度を予測し、より適正な薬液の補充量を算出することが可能となる。

【0060】また自然分解だけでなく、蒸発やウェハの洗浄で消費された薬液の減少分等を濃度予測の算出時に加えて考慮しているため、正確に槽内の薬液濃度を算出することも可能である。また、濃度を予測する数式のパラメータを自動的に最適化することによってより正確な予測が可能となり、濃度の制御精度を高めることが可能となる。

【0061】薬液中のアンモニアと過酸化水素の濃度比を一定に保つことができ、薬液の洗浄特性は一定となるので、常に安定した薬液の洗浄特性でウェハの洗浄を行うことが可能となる。さらに、必要以上の薬液補充を避けることができ、薬液使用量を削減することが可能となる。

【0062】実施例からも明らかなように、本発明によってアンモニア、過酸化水素の混合液の薬液管理が著しく効果的に行なわれる。しかしながら、アンモニア、過酸化水素のみならず、硫酸、過酸化水素混合液等の様々な薬液等にも広範に利用することができ、産業上有益な優れた効果を奏する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の薬液管理装置の一例の概要を示す模式構成図。

【図2】 本発明の薬液管理方法の一例を示すブロック工程図(1)。

【図3】 本発明の薬液管理方法の一例を示すブロック工程図(2)。

【図4】 本発明を使用しない従来例の洗浄装置の概要を示す模式構成図。

【図5】 従来の半導体製造装置の一例の概要を示す模式構成図。

【図6】 従来の半導体製造装置の一例の概要を示す模式構成図。

#### 式構成図。

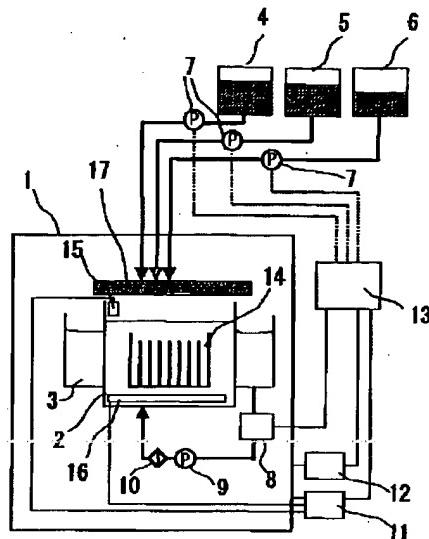
#### 【符号の説明】

1	洗浄装置
2	洗浄槽
3	オーバーフロー槽
4	アンモニア秤量槽
5	過酸化水素秤量槽
6	純水秤量槽
7	薬液補充用ポンプ
8	濃度モニタ
9	循環用ポンプ
10	フィルタ
11	洗浄環境モニタ
12	洗浄条件管理部
13	濃度制御部
14	シリコンウェハ
15	液面測定機
16	キャリアセンサ
17	蓋
20	洗浄槽
50	循環用ポンプ
51	フィルタ
52	オーバーフロー槽
53	アンモニア秤量槽
54	過酸化水素秤量槽
55	純水秤量槽
56	薬液補充用ポンプ
57	シリコンウェハ
58	薬液処理槽
61	原液供給部
62	原液タンク
63a, b	ポンプ
64a, b	バルブ
65a, b	モニタ部
66	ポンプ
67	モニタ
68	制御部
70	フィードバック制御系
71	予測制御系
81	薬液槽
82	液量測定装置
83	濃度測定装置
84	アンモニア水定量追加装置
85	過酸化水素水定量追加装置
86	水定量追加装置
87	キャリアセンサ
88	排液バルブ
89	ヒーター
90	温度調節装置
91	温度センサ

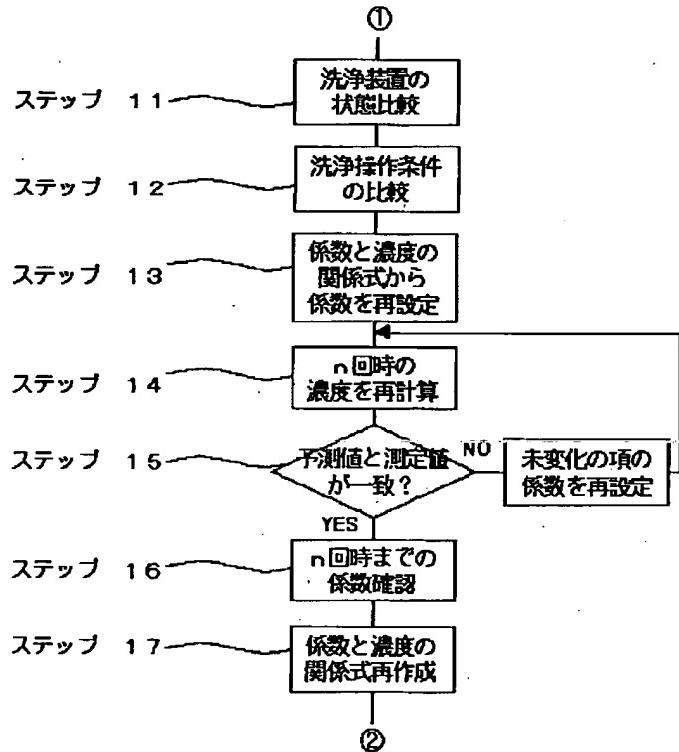
12

92 制御コンピュータ

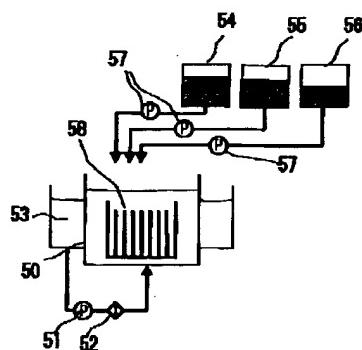
【図1】



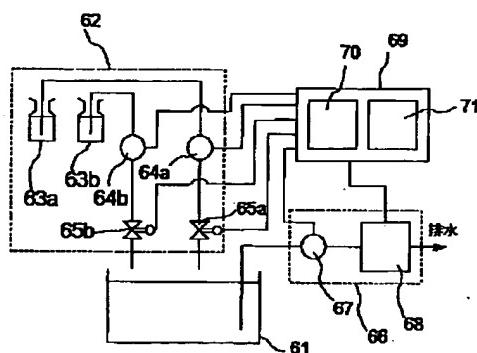
【図3】



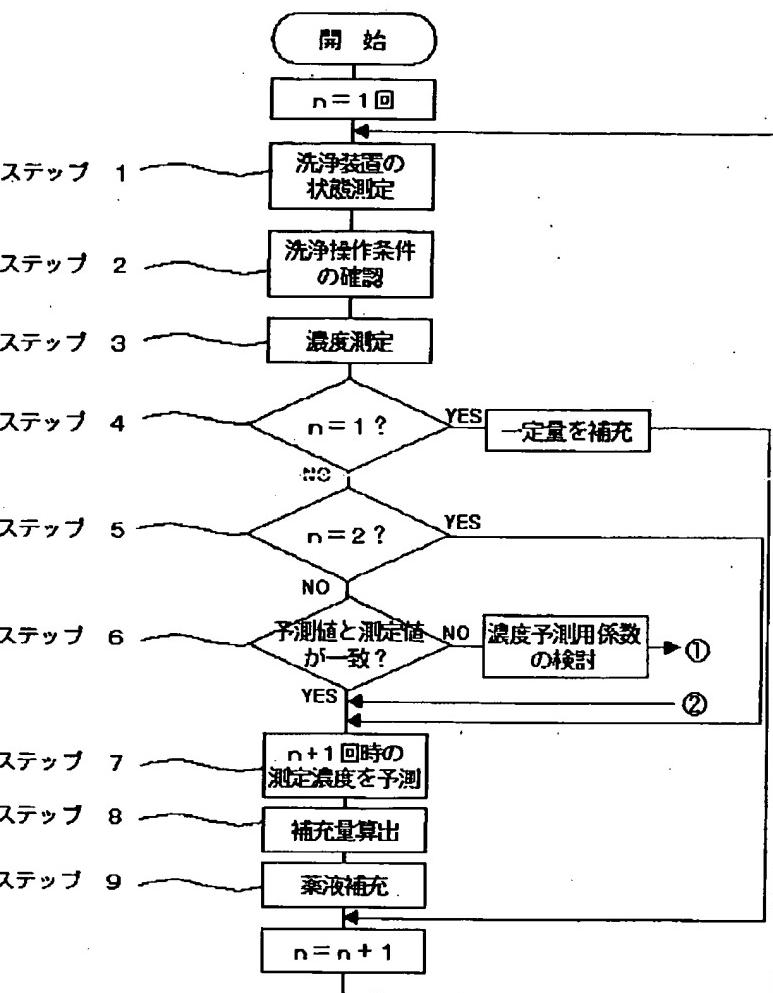
【図4】



【図5】



【図2】



【図6】

